

POWERED BY **Dialog**

**Foaming type fire proofing composition with water proofing property useful for protecting e.g. ceiling, walls or doors, comprises thermoplastic resin, polyphosphate and plasticizer**

**Patent Assignee: KANEKA CORP; OHBAYASHI GUMI KK**

**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 2001342355	A	20011214	JP 2000162690	A	20000531	200228	B

**Priority Applications (Number Kind Date):** JP 2000162690 A ( 20000531)

**Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 2001342355	A		8	C08L-101/00	

**Abstract:**

JP 2001342355 A

NOVELTY Foaming type fire proofing composition with water proofing property contains

(A) thermoplastic resin;

(B) polyphosphate compound; and

(C) plasticizer.

DETAILED DESCRIPTION AN INDEPENDENT CLAIM is also included for fire proofing sheet made by forming the composition into a sheet.

USE The sheet adheres to e.g. ceilings, walls, or doors, and acts as a fire protective coating.

ADVANTAGE The sheet forms an expanded and foamed carbonized layer when heated which protects against fire and prevents the flow of gas during burning.

pp; 8 DwgNo 0/0

Derwent World Patents Index

© 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 14400444

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-342355

(P2001-342355A)

(43)公開日 平成13年12月14日(2001.12.14)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-コ-ト*(参考)
C 0 8 L 101/00		C 0 8 L 101/00	2 E 0 0 1
C 0 8 J 5/00	C E R	C 0 8 J 5/00	C E R 4 F 0 7 1
5/18	C E R	5/18	C E R 4 J 0 0 2
C 0 8 K 3/32		C 0 8 K 3/32	
5/053		5/053	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-162690(P2000-162690)

(22)出願日 平成12年5月31日(2000.5.31)

(71)出願人 000000549

株式会社大林組

大阪府大阪市中央区北浜東4番33号

(71)出願人 000000941

鐘淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72)発明者 堀 長生

東京都清瀬市下清戸4丁目640番地 株式

会社大林組技術研究所内

(74)代理人 100086586

弁理士 安富 康男 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 耐水性を有する発泡型防火性組成物

(57)【要約】

【課題】 加熱により膨張、発泡した炭化層を形成することにより、可燃物を防火したり、煙、炎、燃焼により発生するガス等の外部への流出を防いだりする効果を有する、及び、耐水性を有する、熱可塑性樹脂を用いた発泡型防火組成物を提供する。

【解決手段】 (A)熱可塑性樹脂、(B)ポリリン酸塩化合物、ならびに(C)可塑剤を含有してなる発泡型防火性組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 熱可塑性樹脂、(B) ポリリン酸塩化合物、ならびに(C) 可塑剤を含有することを特徴とする発泡型防火性組成物。

【請求項2】 さらに(D) 多官能アルコールを含有する請求項1記載の発泡型防火性組成物。

【請求項3】 さらに(E) アミノ基含有化合物を含有する請求項1又は2に記載の発泡型防火性組成物。

【請求項4】 (A) 熱可塑性樹脂が、芳香族ビニル系化合物よりなるブロックと、オレフィン系化合物よりなるブロックとから形成されるブロック共重合体である請求項1～3のいずれかに記載の発泡型防火性組成物。

【請求項5】 オレフィン系化合物よりなるブロックが、イソブチレンを主体としてなるブロックである請求項4記載の発泡型防火性組成物。

【請求項6】 (B) ポリリン酸塩化合物がポリリン酸アンモニウム及び／又はメラミン変性ポリリン酸アンモニウムである請求項1～5のいずれかに記載の発泡型防火性組成物。

【請求項7】 (C) 可塑剤がポリブテンまたはポリ $\alpha$ -オレフィンである請求項1～6のいずれかに記載の発泡型防火性組成物。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載の発泡型防火性組成物から成形されることを特徴とする成形体。

【請求項9】 請求項1～7のいずれかに記載の発泡型防火性組成物からシート状に成形されることを特徴とする耐火シート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、耐火性を有する発泡型防火性組成物に関し、詳しくは、一般建造物の梁、天井や壁や扉などの開口部周辺に張り付けて使用し、火災にさらされた際に、発泡炭化層を形成して、木材等の可燃物を防火したり、煙、炎、燃焼により発生するガス等の外部への流出を防いだりする効果を有し、さらに耐火性を有する発泡型防火性組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来から、建造物の防火性能を高める目的で、建造物の梁等を耐火性材料で被覆しており、現在の耐火被覆は半湿式の耐火材（ロックウール等）を吹き付けるのが主流である。しかし、この方法は作業時に材料が発散し易く、その防止のために養生が必要であり、作業の安全面において、高所作業などの課題が残されていた。また、これらの課題を解決する手段としてセラミック等の無機化合物と不織布等による耐火・防火シートも各種提案されている。しかし、扉等の開口部周辺の運動性を有する部位には、これら耐火・防火シートは伸縮性が乏しく変位追従性が著しく劣るため、使用に適していなかった。

【0003】 一方、建築物に用いられるシーリング材の

難燃化として、特開平3-31379号公報や特開平9-53075号公報では、シーリング材中にポリリン酸アンモニウム、多価アルコール類、アミノ基含有化合物等を配合する発泡型防火性シーラント組成物が提案されている。これら発泡型防火性シーラント組成物は火災にさらされた際に、不燃性の発泡炭化層を形成することにより、木材等の可燃物を防火し、あるいは、煙、炎、燃焼により発生するガス等の外部への流出を防ぐことができる。更に、特開平10-18433号公報では、この発泡型防火性シーラント組成物を用いた耐火被覆シートを提案している。しかし、これらシーラント組成物によるシートは、ゴムとしての強度が低く、また液状の組成物を型に流し込み硬化させて得ているため、成形に時間を要し、大面積のシート成形には適していない等の課題があった。また、シーラント組成物はシート状に成形した場合、耐火性に課題があった。さらにこれらの文献には、熱可塑性樹脂、なかでもブロック共重合体に関する記載はない。

【0004】 特開平9-227716には、熱可塑性樹脂と、リン化合物で中和処理された膨張性黒鉛無機充填剤よりなる熱膨張性を有する耐火性樹脂組成物が提案されている。このような樹脂組成物はシート状に成形でき、簡便に耐火被覆できるが、ポリリン酸アンモニウムは徐々に吸湿または水に溶解するため、水や湿気によってその防火性が著しく損なわれ、耐火性及び／又は耐候性の面でも問題があった。

【0005】 耐火性を改善する目的で、特許平7-109377号公報では、熱可塑性樹脂に無水リン酸又はリン酸塩及び必要に応じて炭素系材料及び不燃性ガス発生材料を配合した発泡性耐火被覆用熱可塑性樹脂組成物が提案されている。ここで開示されている組成物では耐火性のレベルが不十分であり、建築材料としての要望に答えられるものではなかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、上述の従来技術の課題に鑑み、(1) 成形加工（特にシートへの成形加工）が容易であり、(2) 成形体（特にシート）とした場合の物性（強度や柔軟性など）が優れ、(3) その成形体が、加熱により膨張、発泡した炭化層を形成することにより、可燃物を防火したり、煙、炎、燃焼により発生するガス等の外部への流出を防いだりする効果を有し、(4) 成形体が水分や湿気を吸収してもその外観に変化がなく、そして(5) 成形体が水分や湿気を吸収した後に発泡した場合でも、吸収していないものと比べて、発泡倍率が低下することなく、かつ、発泡炭化層の形状も異なることのない発泡型防火組成物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、熱可塑性樹脂、好

ましくはブロック共重合体にポリリン酸塩化合物と可塑剤を配合することにより、柔軟性、発泡性、強度及び加工性に優れ、かつ耐水性を有する発泡型防火性組成物を得るに至った。すなわち本発明は、(A)熱可塑性樹脂、(B)ポリリン酸塩化合物、ならびに(C)可塑剤を含有する発泡型防火性組成物に関する。また本発明の発泡型防火性組成物は、さらに(D)多官能アルコールおよび(E)アミノ基含有化合物の少なくとも一種を含有することができる。さらに本発明は、上記発泡型防火性組成物から成形される成形体、あるいは、上記発泡型防火性組成物からシート状に成形される耐火シートにも関する。以下に本発明を詳述する。

#### 【0008】

【発明の実施の形態】本発明の(A)成分としては、熱可塑性樹脂を使用する。熱可塑性樹脂の例としては、ポリプロピレン及びポリエチレン等のポリオレフィン類、ポリスチレン、ABS、MBS、アクリル、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリエステル、ポリアミド、ポリエーテル、ポリブタジエン、スチレン-イソプレン-スチレン等のブロック共重合体等よりなる群から選択されるものが使用される。これら熱可塑性樹脂は単独で使用してもよく、2種以上を併用してもよい。

【0009】上記熱可塑性樹脂のうち、ブロック共重合体が好ましく、加工性、シートの柔軟性の点で、芳香族ビニル系化合物よりなるブロック及びオレフィン系化合物よりなるブロックからなるものがさらに好ましい。このようなブロック共重合体を用いると、成形体(特にシート)が柔軟で容易に変形でき、複雑な形状の被覆も容易である。芳香族ビニル系化合物よりなるブロックは、芳香族ビニル系化合物が50重量%以上、好ましくは70重量%以上、より好ましくは90重量%以上を占めるブロックのことをいう。オレフィン系化合物よりなるブロックは、オレフィン系化合物が50重量%以上、好ましくは70重量%以上、より好ましくは90重量%以上を占めるブロックのことをいう。

【0010】芳香族ビニル系化合物としては特に限定されず、例えば、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $\beta$ -メチルスチレン、 $p$ -メチルスチレン、 $t$ -ブチルスチレン、モノクロロスチレン、ジクロロスチレン、メトキシスチレン、インデン等が挙げられる。2種以上を用いてもよい。上記化合物の中でも、コストと物性及び生産性のバランスから、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $p$ -メチルスチレン、インデンが好ましく、その中から2種以上選んでもよい。

【0011】上記オレフィン系化合物としては特に限定されず、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブチレン、イソブチレン、ブタジエン、イソプレン等の炭素数1~6のオレフィン系化合物が挙げられ、その中から2種以上選んでもよい。更に上記化合物から得られるオレフィン系化合物よりなるブロックの具体例としては、ポ

リブタジエンブロック、ポリイソブレンブロック、及びそれらの水添物であるポリエチレン-ブチレンブロック、ポリエチレン-プロピレンブロック、並びに、ポリイソブチレンブロックが挙げられ、加熱時の発泡特性、防湿性の点で、特にポリイソブチレンブロックが好ましい。ポリイソブチレンブロックとは、イソブチレンを主体としてなるブロック、すなわち、イソブチレンが50重量%以上、好ましくは70重量%以上、より好ましくは90重量%以上を占めるブロックのことをいう。

【0012】芳香族ビニル系化合物よりなるブロックと、オレフィン系化合物よりなるブロックとから形成されるブロック共重合体は、いずれの構造を有するものも使用可能であるが、物性のバランスと合成の簡便さから、(芳香族ビニル系化合物よりなるブロック-オレフィン系化合物よりなるブロック-芳香族ビニル系化合物よりなるブロック)の構造を有するトリブロック体、(オレフィン系化合物よりなるブロック-芳香族ビニル系化合物よりなるブロック)の構造を有するジブロック体、またはこれらの混合物が好ましい。

【0013】芳香族ビニル系化合物よりなるブロックと、オレフィン系化合物よりなるブロックとから形成されるブロック共重合体中のオレフィン系化合物と芳香族ビニル系化合物との割合に特に制限はないが、物性のバランスから、オレフィン系化合物95~20重量部と芳香族ビニル系化合物5~80重量部が好ましく、さらにオレフィン系化合物90~60重量部と芳香族ビニル系化合物10~40重量部がより好ましい。

【0014】芳香族ビニル系化合物よりなるブロックと、オレフィン系化合物よりなるブロックとから形成されるブロック共重合体の数平均分子量にも特に制限はないが、30000から500000が好ましく、50000から400000が特に好ましい。数平均分子量が30000未満の場合、機械的な特性等が十分に発現されず、また、500000を超える場合、成形性等の低下が大きい。

【0015】本発明の(B)成分としてはポリリン酸塩化合物を使用する。このポリリン酸塩化合物は、加熱環境下において、有機物の脱水触媒として作用するほか、自らも不燃性の無機質リン酸被膜を形成する働きを持つものである。ポリリン酸塩化合物としては、ポリリン酸の塩またはその誘導体であれば、特に制限はない。ポリリン酸の塩としては、ポリリン酸とアンモニアまたは有機塩基との塩が好ましく、ポリリン酸とアンモニアまたはアミンとの塩が更に好ましく、特にポリリン酸アンモニウムが好ましい。また、前記塩を形成するアミンとしては、例えば、メチルアミン、エチルアミン等が挙げられる。ポリリン酸の塩の誘導体としては、ポリリン酸アミド、ポリリン酸の有機アミン変性体等が例示でき、ポリリン酸メラミン、ポリリン酸メラミンアミド、メラミン変性ポリリン酸アンモニウムが好ましい。(B)成分

としては、ポリリン酸アンモニウム及び／又はメラミン変性ポリリン酸アンモニウムを用いるのが特に好ましい。

【0016】ポリリン酸とアンモニアまたはアミンとの塩は加熱により分解温度に達すると、脱アンモニア等の脱アミンにより縮合リン酸を生じる。この酸が有機物の脱水触媒として作用し、有機物を炭化させる結果、防火炭化層の形成につながる。また、この際発生するアンモニアガス等は、発泡剤として作用し、組成物全体を膨張させることになる。本発明に使用するポリリン酸とアンモニアまたはアミンとの塩は、リン含有量15重量%、窒素含有量14重量%、分解温度200℃以上のものが好ましく、また取り扱いやすさの点から、吸湿性の低いものが適している。このようなポリリン酸とアンモニアまたはアミンとの塩としては、特に限定はないが、例えば、ポリリン酸アンモニウムからなる住友化学工業株式会社製の不溶化高分子リン化合物（商品名「スミセーフPM」）、チッソ株式会社製の被覆ポリリン酸アンモニウム（商品名「テラージュC60」）等が挙げられる。

【0017】この成分（B）の配合量は、特に限定されるわけではないが、成分（A）100重量部に対して10～200重量部配合するのが好ましい。成分（B）の配合量が10重量部未満であると、組成物全体を効果的に炭化、発泡させることが期待できなくなり、逆に、成分（B）の配合量が200重量部を超えると、配合物の粘度が高くなり成形性が低下するとともに、耐水性が低下する傾向がある。

【0018】本発明の（C）成分としては、可塑剤を使用する。この成分（C）は、柔軟性等のゴム特性や成形流動性を向上する目的で、また、成形体の耐水性を向上する目的で、上記発泡型防火組成物に配合する。可塑剤としては特に限定されず、一般的なものを用いることができるが、成分（A）と相溶性が良いものが好ましい。相溶性の良い可塑剤の具体例としては、例えば、ポリブテン、水添ポリブテン、液状ポリブタジエン、水添液状ポリブタジエン、ポリ $\alpha$ オレフィン類、パラフィン系オイル、ナフテン系オイル、 $\alpha$ -メチルスチレンオリゴマー、アタックチックポリプロピレン等が挙げられるが、その中でも好ましくは、ポリブテン、不飽和結合を含まない水添ポリブテン、水添液状ポリブタジエン、ポリ $\alpha$ オレフィン、パラフィン系オイル、ナフテン系オイル、アタックチックポリプロピレン等の炭化水素系重合体が好ましい。上記炭化水素系重合体の数平均分子量としては、300～10000であることが好ましく、400～3000であることがより好ましい。重合体の数平均分子量が300以下であると流動性が高いため、発泡体の形状保持性が悪い。また、10000以上であると成分（A）との相溶性が悪くなる。

【0019】炭化水素系重合体からなる可塑剤のうち特に好ましいのは、耐水性と発泡特性のバランスから、ポ

リブテンとポリ $\alpha$ オレフィンである。可塑剤（C）は、成分（A）と成分（B）の合計100重量部に対して可塑剤1～400重量部であることが好ましい。可塑剤の配合量が1重量部未満であると耐水性が悪く、400重量部をこえると成形性が困難になる。本願の発泡型防火組成物は、上記成分（A）、（B）及び（C）を含有するものであり、加熱により膨張、発泡し炭化層を形成しうるが、公知の成分、例えば、加熱により炭化層を形成しうる成分、発泡剤、発泡助剤をさらに加えてもよい。このような公知成分としては下記（D）成分と（E）成分が好ましい。

【0020】また、本発明では上記（A）及び（B）及び（C）成分以外に、（D）成分として多官能アルコールを使用してもよい。多官能アルコールは、加熱により膨張し、さらに脱水触媒であるポリリン酸塩化合物（B）の存在下、炭化により発泡炭化膜を形成するものである。加熱により炭化する分解温度が200℃以上、好ましくは300℃以上のものが使用できる。このような多官能アルコールとしては、モノー、ジーまたはトリペンタエリスリトール等の多価アルコールや、でんぷんやセルロース等の多糖類、グルコース、フルクトース等の少糖類等が例示されるが、これに限定されるものではない。また、これらは単独で使用するほか、2種以上併用してもよい。

【0021】この成分（D）の配合量は、特に限定されるわけではないが、成分（A）と成分（C）の合計100重量部に対して5～200重量部であることが好ましい。成分（D）の配合量が5重量部未満であると膨張が不十分となり、逆に成分（D）の配合量が200重量部を超えると発泡炭化膜の形成が不十分となる。

【0022】さらに、本発明では上記（A）、（B）、（C）及び（D）成分以外に（E）成分としてアミノ基含有化合物を使用してもよい。アミノ基含有化合物は、膨張剤として作用し、加熱による分解に伴い、窒素やアンモニア等の不燃性ガスを発生し、組成物全体を適度の大きさに膨張させる効果がある。具体的にはジシアンジアミド、メラミン、グアナミン、グアニジン、尿素、アゾカルボンアミンやメラミン樹脂、グアナミン樹脂、尿素樹脂等のアミノ樹脂等が例示されるが、これに限定されるものではない。また、これらは単独で使用するほか、2種以上併用してもよい。

【0023】この成分（E）の配合量は、特に限定されるわけではないが、成分（A）と成分（C）の合計100重量部に対して3～100重量部であることが好ましい。成分（E）の配合量が3重量部未満であると膨張が不十分となり、逆に、成分（E）の配合量が100重量部を超えると、形成される発泡炭化膜の強度が不十分となる傾向がある。

【0024】本発明においては（A）、（B）、（C）成分に対し（D）、（E）の少なくとも一種の成分が添

加されることが好ましいが、(D)、(E) 2成分が併用して添加されることが最も好ましい。(A)、

(B)、(C)、(D)、(E)成分の好ましい配合量は上記の通りであるが最も好ましい配合量は、成分

(A) 100重量部に対し、成分(B) 30~100重量部、成分(C) 5~200重量部、成分(D) 10~100重量部、成分(E) 5~50重量部である。

【0025】また、本発明の組成物には各用途に合わせて要求特性に応じて、上記成分以外に、必要に応じて補強剤、充填剤のほか、ヒンダードフェノール系やヒンダードアミン系の酸化防止剤や紫外線吸収剤、光安定剤、顔料、界面活性剤、粘着付与剤等を適宜配合することができる。

【0026】本発明の発泡型防火性組成物の調製法には特に制限はなく、例えば、上記各成分を配合し、ミキサーやロール、ニーダーや押出機等を用いて常温または加熱下において混練したり、適量の溶剤に成分を溶解させた後混合するなど、通常の方法を採用することができる。得られた発泡型防火性組成物は、射出成形、押出成形、カレンダー成形など、通常、熱可塑性樹脂で用いられる成型法により成形することができる。

【0027】また、本発明の発泡型防火性組成物からなる成形体の用途は特に制限はないが、例えばシート状に成形し、天井、壁、柱、梁、扉等に張り付けまたは積層し、火災にさらされた際に断熱性の発泡炭化層を形成して、煙、炎、燃焼により発生するガス等の外部への流出を防ぐために使用することが出来る。また、特に天井裏に耐火性天井材と張り付け、または積層することにより、火災時に天井材が火災にさらされた際に断熱性の発泡炭化層を形成して、火災による熱が梁に伝わるのを防止し、梁の熱による強度低下を抑制することに使用することができる。この様な使用により、梁への耐火被覆をなくすことができ、施工性、作業性を著しく改善することができる。この他、発泡シート、発泡ガasket、成形体としても利用できる。具体的には、防火扉の上下左右の隙間部にシート貼りやガasket固定等によりセットすることにより、火災時の炎や煙の貫通を防止できるといった使用方法がある。また、この組成物成形体を上記目的で使用する場合の耐火確認対象物への固定方法としては、汎用的方法が用いられ、特に制限はないが釘やビス等の物理的方法で固定してもよいし、接着剤、粘着剤等化学的方法を用いてもよい。また成形体にあらかじめ粘着性を持たせたり、接着及び/または粘着剤層を積層しておいてもよい。

【0028】

【実施例】以下に、実施例に基づき本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらにより何ら制限を受けるものではない。尚、実施例に先立ち各種測定法、評価法について説明する。

(発泡特性試験) 10×10×2mmの成形体を増場に入

れ、ガスバーナーにより増場下面の3分後の到達温度が約600℃となるような炎で加熱し、発泡倍率を加熱発泡後の炭化したシートの厚み/加熱発泡前の厚みの比として求めた。

【0029】(耐水性試験) 10×10×2mmのシートを、50℃の温水に2週間浸漬した。そのシートを上記発泡特性試験と同様な方法で加熱し、その発泡状態を観察した。倍率保持性を浸漬後の発泡倍率/浸漬前の発泡倍率×100(%)とした。外観は、温水浸漬後の未発泡シートの表面にクラックや割れ、変色のないものを○良好とし、クラックや割れ、変色したものを×不良とした。発泡層の形状保持性は、発泡炭化層の形状を観察し、その形状保持性を目視にて評価した。すなわち、発泡炭化層が崩れることなく、形状を保っているものを○、形状を保たず崩れるものを×とした。

【0030】(製造例) 2Lのセバブルフラスコの重合容器内を窒素置換した後、注射器を用いて、n-ヘキサン(モレキュラーシーブスで乾燥したもの)480mL及び塩化ブチル(モレキュラーシーブスで乾燥したもの)690mL、p-ジクミルクロライド)0.647g(2.8mmol)を加えた。重合容器を-70℃のドライアイス/メタノールバス中につけて冷却した後、ジメチルアセトアミド1.22g(14.0mmol)を加えた。次にイソブチレンモノマー232mL(2872mmol)が入っている三方コック付耐圧ガラス製液化採取管にテフロン(登録商標)製の送液チューブを接続し、重合容器内にイソブチレンモノマーを窒素圧により送液した。さらに四塩化チタン8.7mL(79.1mmol)を加えて重合を開始した。重合開始から1時間同じ温度で攪拌を行った後、重合溶液からサンプリング用として重合溶液約1mLを抜き取った。続いて、あらかじめ-70℃に冷却しておいたスチレンモノマー77.9g(748mmol)、n-ヘキサン14mLおよび塩化ブチル20mLの混合溶液を重合容器内に添加した。該混合溶液を添加してから10分後に、約200mLのメタノールを加えて反応を終了させた。

【0031】反応溶液から溶剤等を留去した後、トルエンに溶解し2回水洗を行った。さらにトルエン溶液を多量のメタノールに加えて重合体を沈殿させ、得られた重合体を60℃で24時間真空乾燥することにより目的のブロック共重合体を得た。ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法により得られた重合体の分子量を測定した。スチレン添加前のイソブチレン重合体のMwが65,000、Mw/Mnは1.2であり、スチレン重合後のブロック共重合体のMwが95,000、Mw/Mnが1.6であるブロック共重合体を得られた。

【0032】(実施例1) 製造例で得られたスチレン-イソブチレン-スチレンブロック共重合体100重量

部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学（株）社製スミセーフPM）33.3重量部、多価アルコールとしてペンタエリスリトール13.3重量部、メラミン5重量部、プロセスオイル20重量部を170℃において熔融混練した後、170℃で2mm厚にプレス成形した。得られた成形品の発泡特性及び発泡特性に対する耐水性を評価した。結果を表2に示す

【0033】（実施例2）製造例で得られたスチレン-イソブチレン-スチレンブロック共重合体100重量部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学（株）社製スミセーフPM）50重量部、多価アルコールとしてペンタエリスリトール20重量部、メラミン7.5重量部、ポリ $\alpha$ -オレフィン（出光石化製PAO5010）30重量部を170℃において熔融混練した後、170℃で2mm厚にプレス成形した。得られた成形品の発泡特性及び発泡特性に対する耐水性を評価した。結果を表2に示す。

【0034】（実施例3）製造例で得られたスチレン-イソブチレン-スチレンブロック共重合体100重量部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学（株）社製スミセーフPM）50重量部、多価アルコールとしてペンタエリスリトール20重量部、メラミン7.5重量部、ポリブテン（出光石化製300H）30重量部を170℃において熔融混練した後、170℃で2mm厚にプレス成形した。得られた成形品の発泡特性及び発泡特性に対する耐水性を評価した。結果を表2に示す。

【0035】（比較例1）変性シリコン系シーリング剤（鐘淵化学工業（株）社製MSポリマー）を100重量部用い、これに可塑剤としてジオクチルフタレート（DOP）を50重量部、ポリリン酸アンモニウムを100重量部、多価アルコールとしてペンタエリスリトールを40重量部、アミノ基含有化合物としてジシアンジ

アミドを15重量部加え、室温下で撹拌した後、さらに3本ロールにてよく混練し、ペースト状とした。この組成物に硬化触媒としてオクチル酸錫を3重量部、硬化助剤としてラウリルアミンを0.75重量部加え、撹拌した。このようにして得られた組成物を用いて、厚さ2mm厚のシートを作製した後、23℃で1週間、更に50℃で1週間養生した。更に、10×20×2mmの型に上記組成物を注入し、これを23℃で1週間、更に50℃で1週間養生した。その成型品により発泡特性試験及び耐水性試験を行った。結果を表2に示す。

【0036】（比較例2）塩化ビニル樹脂100重量部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学（株）社製スミセーフPM）50重量部、多価アルコールとしてペンタエリスリトール20重量部、メラミン20重量部からなる組成物を170℃において熔融混練した後、170℃で2mm厚にプレス成形した。得られた成形品の発泡特性及び発泡特性に対する耐水性を評価した。結果を表2に示す。

【0037】（比較例3）IIR（イソブチレン-イソブレン共重合ゴム）（JSR社製ブチル065）100重量部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学（株）社製スミセーフPM）240重量部、ポリブテン（出光石化製300H）120重量部、粘着付与樹脂（荒川化学社製アルコンP-125）20重量部、水酸化アルミニウム120重量部、膨張性黒鉛（巴工業社製GRAFGUARD220-50N）70重量部からなる組成物を170℃において熔融混練した後、170℃で2mm厚にプレス成形した。得られた成形品の発泡特性及び発泡特性に対する耐水性を評価した。結果を表2に示す。

【0038】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
スチレン-イソブチレン-スチレンブロック共重合体	100	100	100	-	-	-
MSポリマー	-	-	-	100	-	-
塩化ビニル樹脂	-	-	-	-	100	-
ILR	-	-	-	-	-	100
ポリリン酸アンモニウム	33.3	50	50	100	50	240
ペンタエリスリトール	13.3	20	20	40	20	-
メラミン	5	7.5	7.5	-	20	-
ジシアミド	-	-	-	15	-	-
プロセスオイル	20	-	-	-	-	-
ポリオレフィン	-	30	-	-	-	-
ポリブテン	-	-	30	-	-	120
DOP	-	-	-	50	-	-
粘着付与樹脂	-	-	-	-	-	20
Al(OH) <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	120
炭酸カルシウム	-	-	-	-	-	240
膨張性黒鉛	-	-	-	-	-	70

【0039】

【表 2】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
成形に要した時間	30分	30分	30分	2週間	30分	30分
発泡特性試験 発泡倍率	7.1	9.1	9.7	3.5	5.0	8.8
耐水性試験 発泡倍率 倍率保持率(%)	6.8 96	8.5 93	9.2 95	1.0 30	1.2 24	形状保持 せず 判定 不可
外観	○	○	○	○	×	×
形状保持性	○	○	○	○	×	×

【0040】表2に示されるように、実施例1～3の組成物は、防火断熱に十分な効果がある不燃性の発泡炭化層を形成し、耐水性に優れることが確認できた。更に、比較例1の変性シリコン系シーリング剤の組成物に比べ、成形加工性においても優れていることが明らかになった。また、比較例2の組成物に比較して、発泡倍率も高く、耐水性も良好であった。また、比較例3の組成物では温水に浸漬後、発泡評価を行ったところ、発泡体の形状が不定形となり発泡倍率の測定は不可であった。

【0041】

【発明の効果】このように、本発明の発泡型硬化性組成物は、伸縮性に富みゴム物性に優れているため、扉の開閉部等の変位追従性が要求される箇所での使用にも適し、成形性に優れ、大面積のシート成形も容易となるものである。さらに、耐湿及び耐水性に優れているため長期にわたる使用が可能であり、定期的な張り替え等の必要がなくなる。このような組成物は、一般建築物において防火・耐火性能が要求される場所に広範囲に適用可能となる優れたものである。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C08K 5/17

C08L 23/02

23/20

識別記号

F I

C08K 5/17

C08L 23/02

23/20

テマコード(参考)



53/00  
E O 4 B 1/94

(72)発明者 高橋 晃一郎  
東京都清瀬市下清戸4丁目640番地 株式  
会社大林組技術研究所内

(72)発明者 府藤 智美  
兵庫県明石市西明石北町3-3-26-201

(72)発明者 福田 竜司  
兵庫県神戸市須磨区北落合1-1-323-  
302

(72)発明者 中島 亨  
兵庫県垂水区塩屋町6-31-17三青荘

(72)発明者 青山 泰三  
兵庫県高砂市西畑4-13-10

53/00  
E O 4 B 1/94 U

Fターム(参考) 2E001 DE01 DE04 DE07 FA01 FA03  
FA14 FA33 GA24 GA82 HD11  
HD13 JA18 MA08

4F071 AA02 AA14 AA21 AA22 AA75  
AB25 AC05 AC12 AE01 AE04  
AH19 BB04 BC01

4J002 AB013 AB043 AC031 AC032  
AE052 BB031 BB121 BB132  
BB172 BC031 BD031 BG041  
BN151 BN161 BP031 CC164  
CC174 CC184 CF001 CH001  
CK021 CL001 DH046 DH056  
EC057 EL087 EQ018 ER028  
ET018 EU188 FD022 GL00